

# 滑石中石棉的鉴定方法研究

钟 辉, 赵爱林, 迟广成

(沈阳地质调查中心, 沈阳 110032)

**摘要:** 如何鉴定出滑石中含有的微量石棉, 多年来一直困扰着分析界的人士。笔者经过多年的实践和大量资料的积累, 以透射偏光显微镜观察和 X-射线粉晶衍射为主要方法, 以油浸法为辅助方法, 对滑石中含有的各种微量石棉, 进行快速准确的鉴定。本文列出了各种石棉的 X-射线粉晶衍射特征数据。并以滑石中含有的透闪石石棉为例, 详细论述了这一鉴定方法的科学性及其合理性。若样品为块状岩石, 则需要先在偏光显微镜下观察, 再进行 X-射线粉晶衍射进一步验证。若样品为粉末状, 则需要先进行 X-射线粉晶衍射分析, 再进行油浸薄片观察。

**关键词:** 滑石; 石棉; 透射偏光显微镜; X-射线粉晶衍射; 油浸薄片

**中图分类号:** P579

**文献标识码:** A

**文章编号:** 1672-4135(2008)01-0070-05

滑石作为一种重要的添加剂, 在医药、化妆品、食品等领域都有广泛的应用, 特别是在中成药和化妆品的生产中是大量使用的辅料。这些作为辅料的滑石, 或进入人体或与人体有直接的接触, 其品质的好坏将直接影响使用者的身体健康。随着科学技术的发展和人们保健意识的增强, 滑石中所含石棉类杂质对人体健康的影响, 越来越引起人们的重视。

滑石中的石棉能对人体造成极大的伤害<sup>[1]</sup>, 是公认的具有致癌作用的物质。欧盟及日本对进出口的滑石样品中是否含有石棉, 都有强制性的鉴定规定。因此, 有效准确地鉴定滑石中的石棉, 提高滑石产品的品质, 严把进出口质量关, 显然是非常重要的。

石棉并非矿物学的名称, 它是一类发育成纤维状的矿物集合体的统称, 在目前的相关报导中, 有关滑石中石棉的鉴定, 通常采用红外吸收光谱法<sup>[2,3]</sup>, 或 X-射线粉晶衍射法<sup>[4]</sup>。单独应用红外吸收光谱法, 由于采用溴化钾压片法<sup>[5]</sup>, 试样量与溴化钾的质量比为 1/100, 故试样用量很少。而滑石中的石棉含量一般很低, 所以这种鉴定方法, 由于试样量少, 代表性较差, 很难鉴定出滑石中所含的微量石棉。单独应用 X-射线粉晶衍射法, 又很难鉴定出矿物的晶体形态方面的特

性, 且样品量越少越难鉴定。笔者经过多年工作的探索, 积累了一定的经验, 认为利用偏光显微镜鉴定与 X-射线粉晶衍射相结合的鉴定方法, 能够克服单独使用红外吸收光谱法或单独使用 X-射线粉晶衍射法检测的不足, 快速、准确的鉴定出滑石中所含的微量石棉<sup>[6]</sup>。本文以检测滑石中所含少量透闪石石棉为例, 阐述这一鉴定过程。

## 1 石棉的种类

石棉的化学成分主要为硅、氧、氢、钠、镁、钙和铁等元素。有多种矿物可以形成石棉, 常见的为蛇纹石石棉、角闪石石棉和绿泥石石棉。蛇纹石石棉又称温石棉 (Chrysotile), 其化学式为:  $Mg_3Si_2O_5(OH)_4$ 。角闪石石棉包括五个亚种<sup>[7]</sup>, 它们是青石棉 (蓝石棉) (Crocidolite), 化学式为:  $3H_2O \cdot 2Na_2O \cdot 6(Fe, Mg)O \cdot 2Fe_2O_3 \cdot 17SiO_2$ ; 铁石棉 (Amosite), 化学式为:  $FeSiO_3 \cdot xH_2O \cdot FeO \cdot SiO_2 \cdot xH_2O$ ; 直闪石石棉 (Anthophyllite), 化学式为:  $(Mg, Fe_{2+})_7[Si_8O_{22}](OH)_2$ ; 透闪石石棉 (Tremolite), 化学式为:  $Ca_2Mg_5Si_8O_{22}(OH)_2$  和阳起石石棉 (Actinolite), 化学式为:  $Ca_2(Mg, Fe_{2+})_5[Si_8O_{22}](OH)_2$ ; 绿泥石石棉 (Chlorite), 化学式为:  $Mg_2Al_3(Si_3Al)O_{10}(OH)_8$ 。而透闪石石棉为滑石中最常见的石棉。

收稿日期: 2007-09-18 责任编辑: 刘新秒

基金项目: 国家重点工程基础研究发展规划项目 (G1999045709)

作者简介: 钟辉 (1964-), 女, 高级工程师, 主要从事岩矿鉴定及仪器分析工作, E-mail: zh7123@163.com。

## 2 滑石中石棉的特征

### 2.1 手标本的特征

透闪石石棉是滑石中常见的伴生矿物<sup>[9]</sup>,肉眼观察呈锡白色、淡绿色,常为玻璃-丝绢光泽,纤维状平行排列,在手标本中呈梳状,常具有垂直延长方向的竹节状裂开。

### 2.2 透射偏光显微镜下鉴定特征

#### 2.2.1 观察样品的制备

将块状岩石样品切割成片状,经粗磨,细磨,精磨后,用树胶粘在载玻片上,再磨制成0.03 mm厚的薄片。用冷杉胶将盖玻片粘于岩石薄片上。注意薄片不能残留气泡。

#### 2.2.2 含透闪石石棉的滑石偏光显微镜下鉴定特征

应用德国蔡司公司生产,型号为:Axioskop 40偏光显微镜观察:样品呈鳞片变晶结构,透闪石和透闪石石棉含量约为2%,滑石含量约为98%。透闪石石棉:呈纤维状集合体,无色,具有微弱多色性:Ng'-灰黑、Np'-灰。干涉色一级灰至二级蓝<sup>[9]</sup>。透闪石:与透闪石石棉紧密伴生,长柱状,柱面见一组完全解理,斜消光,消光角 $C \wedge Ng' = 20^\circ$  最高干涉色二级蓝-蓝绿,正延性,二轴晶负光性(图1)。从图中可以观察到,透闪石并没有完全结晶成透闪石石棉。滑石:片状或细小鳞片状集合体,一组极完全解理,薄片无色,正低突起,最高干涉色可达三级,近平行消光,正延性。二轴晶负光性,光轴角较小。

### 2.3 X-射线衍射图谱特征

#### 2.3.1 各种石棉的标准X-射线衍射数据

若想准确的鉴定出滑石中的石棉,必须了解各种石棉的标准X-射线衍射数据,其中较重要的参数为:面网间距即d值(nm)、相对强度I、 $\theta$ 或 $2\theta$ 角,为了在谱线检索中能有的放矢,应重点注意各种石棉的前五个强度较大的衍射峰<sup>[10]</sup>的d值(nm),d值是鉴定检索物时最为可靠的依据。在通常情况下,其精确度不会低于1%,即绝对误差不会高于0.01,是比较稳定的。各种石棉的X-射线衍射特征数据<sup>[11]</sup>见表1。

#### 2.3.2 样品的制备

将样品磨碎至0.074 mm(200目)以下,经四分法缩分后混匀,取适量样品(一般十几克)放入玛瑙研钵中进一步磨细,直到手碾无颗粒感,将研磨好

的样品放到样品槽中,样品分布要均匀,用毛玻璃片压实,样品表面必须平坦光滑,否则影响测试效果。为了不丢失真实的信息,至少每个送检样品需要制备10个这样的测试样品。

#### 2.3.3 仪器和测量条件

使用X射线衍射仪(型号BRUKER-D8,厂商:德国布鲁克AXS有限公司)对送检样品进行鉴定。测试条件为:X射线管选择铜靶;管压/40 kV;管流/40 mA;扫描范围: $5^\circ \sim 85^\circ$ ;步长 $0.04^\circ$ /步;固体探测器(XOL-D);DS发射狭缝:1.0 mm;SS防散射狭缝:1.0 mm;KS接收狭缝:0.1 mm;扫描时间:0.4 s/步。

#### 2.3.4 谱线分析

以连续扫描方式进行测试( $2\theta$ 从 $5^\circ$ 到 $85^\circ$ )所得样品的X射线衍射图谱(图2),将图谱与相应的标准图谱对照结果显示:测试样品中含有滑石和透闪石两种矿物,d值均在允许的误差范围内。测得样品中出现的透闪石特征峰d/nm值为: $d = 0.8416$ 、 $d = 0.311$ 、 $d = 0.2702$ 、 $d = 0.1440$ ,与透闪石标准衍射峰的绝对误差分别为:0.0016、0、0.0001、0.0001。所测滑石样品与滑石标准样品的X射线衍射数据见表2。从表中可以看出,两者绝对误差均在 $\pm 0.01$ 范围内,说明测试结果准确可靠。

### 2.4 油浸薄片的特征

做为一种辅助方法,将块状样品从不同的角度刮下适量粉末,或粉末样品可直接制成多个油浸薄片,在偏光显微镜下观察样品中是否有纤维状的矿物,即是否含有石棉。

## 3 不同类型样品的鉴定过程

### 3.1 样品为块状岩石的鉴定方法

如果客户所送样品为块状,则需要样品上选则不同方向,磨制4或5个薄片,先在偏光显微镜下观察,鉴定是否存在石棉类矿物(蛇纹石类、绿泥石类或闪石类矿物),以及该矿物是否发育成石棉。但由于滑石中的石棉含量一般为微量,磨制的薄片只代表了样品的局部特征,很难涵盖样品所有的信息,故仍需要进行X射线粉晶衍射分析。

### 3.2 粉末样品的鉴定方法

此方法与块状岩石样品的鉴定方法有所不同,需要先进行X射线粉晶衍射分析。如果鉴定

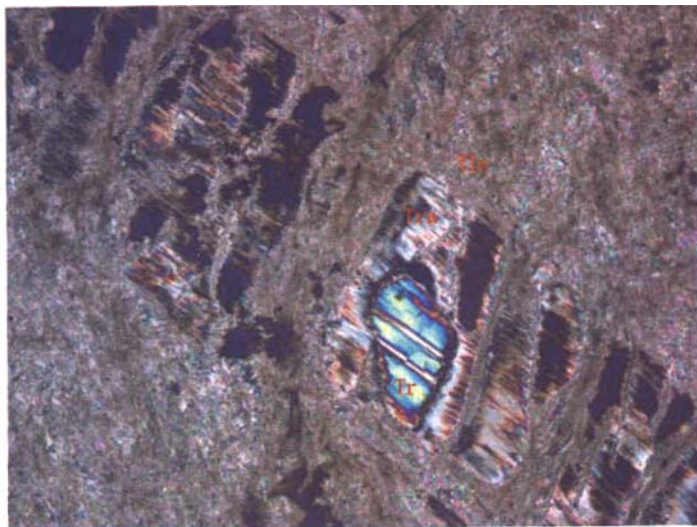


图 1 滑石中含有透闪石石棉的微观特征 (正交偏光  $2.5 \times 10$ )

Fig.1 Microscopic characteristics of the tremolite asbestos in talc (cross  $2.5 \times 10$ )

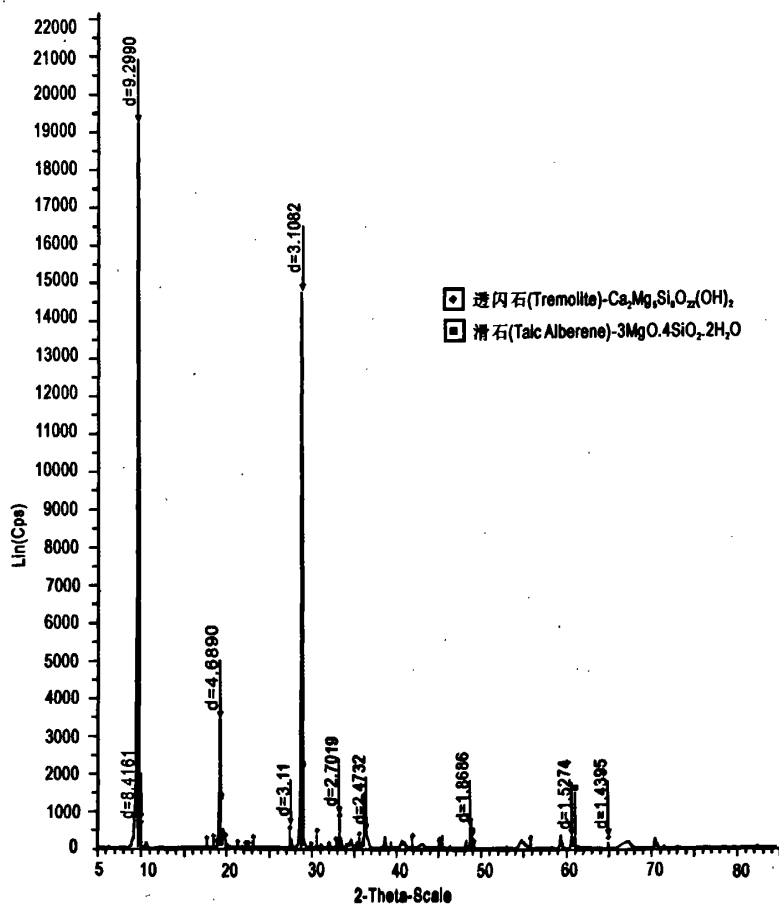


图 2 含透闪石石棉的滑石 X 射线衍射谱图

Fig.2 X-ray powder diffraction picture of the tremolite asbestos in talc

表 1 各种石棉的 X-射线衍射特征数据  
Table 1 Characteristic data of X-ray powder diffraction for all asbestos

| 青石棉     |       |            | 铁石棉         |       |            |
|---------|-------|------------|-------------|-------|------------|
| d /nm   | I/CPS | 2 θ / (° ) | d /nm       | I/CPS | 2 θ / (° ) |
| 0. 8330 | 10    | 10. 62     | 0. 8450     | 60    | 10. 46     |
| 0. 4460 | 6     | 19. 88     | 0. 3070     | 100   | 29. 06     |
| 0. 3080 | 10    | 28. 96     | 0. 2740     | 100   | 32. 66     |
| 0. 2698 | 8     | 33. 18     | 0. 2610     | 80    | 34. 32     |
| 0. 1419 | 6     | 65. 74     | 0. 2480     | 80    | 36. 18     |
| 直闪石石棉   |       |            | 透闪石石棉       |       |            |
| d /nm   | I/CPS | 2 θ / (° ) | d /nm       | I/CPS | 2 θ / (° ) |
| 0. 9100 | 8     | 9. 72      | 0. 8400     | 10    | 10. 52     |
| 0. 8260 | 9     | 10. 70     | 0. 3110     | 9     | 28. 68     |
| 0. 3230 | 7     | 27. 60     | 0. 2703     | 8     | 33. 12     |
| 0. 3040 | 10    | 29. 36     | 0. 1439     | 7     | 64. 72     |
| 0. 1619 | 6     | 56. 82     | 0. 1049     | 6     | 94. 48     |
| 阳起石石棉   |       |            | 温石棉 (蛇纹石石棉) |       |            |
| d /nm   | I/CPS | 2 θ / (° ) | d /nm       | I/CPS | 2 θ / (° ) |
| 0. 8400 | 8     | 10. 52     | 0. 7360     | 1 00  | 12. 02     |
| 0. 3130 | 10    | 28. 48     | 0. 4560     | 25    | 19. 44     |
| 0. 2690 | 9     | 33. 28     | 0. 3660     | 50    | 24. 30     |
| 0. 2380 | 7     | 37. 76     | 0. 2451     | 30    | 36. 64     |
| 0. 1436 | 8     | 64. 86     | 0. 1531     | 30    | 60. 40     |
| 绿泥石石棉   |       |            | 普通石棉        |       |            |
| d /nm   | I/CPS | 2 θ / (° ) | d /nm       | I     | 2 θ / (° ) |
| 0. 7150 | 10    | 12. 36     | 0. 8435     | 100   | 10. 48     |
| 0. 3550 | 9     | 25. 06     | 0. 2705     | 70. 6 | 33. 08     |
| 0. 4760 | 8     | 18. 62     | 0. 3133     | 67. 9 | 28. 46     |
| 0. 2400 | 8     | 37. 44     | 0. 3381     | 66    | 28. 46     |
| 0. 2660 | 6     | 33. 66     | 0. 3381     | 66    | 26. 34     |

出能形成石棉的矿物,(蛇纹石类、绿泥石类或闪石类矿物),则进一步分析需要制成多个油浸薄片,从不同的角度观察这些矿物是否发育成石棉,如果发现有结晶成纤维状的矿物,则说明样品中含有石棉,反之,则说明样品中含有能形成石棉的矿物,但这些矿物并没有结晶成石棉。

4 结语

(1)根据现有的文献,单独使用溴化钾压片红外光谱法或 X 射线粉晶衍射法,鉴定滑石中的石棉,具有一定的片面性,很难达到理想的效果。若想准确的鉴定出滑石样品中含有的微量石棉。需采用偏光显微镜观察和 X 射线粉晶衍射相结合的方法。

(2)若样品为块状岩石,则需要磨制不同方向

的薄片,先在偏光显微镜下观察,是否有结晶呈纤维状的矿物。如果存在,则说明滑石中含有石棉,具体成分需进行 X 射线粉晶衍射分析。

(3)若样品为粉末状,则需要先进行 X 射线粉晶衍射分析。如果检测出能形成石棉的矿物(蛇纹石类、闪石类和绿泥石类矿物),则需要制成多个油浸薄片,观察是否有纤维状的矿物。如果有,则说明此滑石样品中含有石棉。反之,则说明此滑石样品中含有能形成石棉的矿物,而这些矿物并没有结晶成石棉。

参考文献:

[1] 王立本,黄蕴慧,鲁怀兵.国际环境矿物学研究新进展[J].岩石矿物学杂志,1999(4):377-383.

表 2 滑石样品与滑石标准样品的 X 射线衍射数据对比

Table 2 Comparison of data for the X-ray powder diffraction between talc samples and talc standard samples

| 测试数据    |           |      | 标准数据  |           |     | 绝对误差      |
|---------|-----------|------|-------|-----------|-----|-----------|
| d/nm    | 2 θ /(° ) | I    | d/nm  | 2 θ /(° ) | I   | 测量值 - 标准值 |
| 0.929 9 | 9.50      | 100  | 0.938 | 9.42      | 100 | 0.008 1   |
| 0.468 9 | 18.92     | 10.4 | 0.471 | 18.82     | 50  | 0.002 1   |
| 0.310 8 | 28.70     | 76.8 | 0.312 | 28.58     | 100 | 0.001 2   |
| 0.247 3 | 36.30     | 30.2 | 0.248 | 36.18     | 70  | 0.000 7   |
| 0.152 7 | 60.58     | 35.7 | 0.153 | 60.46     | 70  | 0.000 3   |

测试数据由沈阳地质矿产研究所实验测试中心提供;标准数据由《矿物 X 射线粉晶鉴定手册》<sup>[11]</sup>提供

[2] 何伟平,韦小兰,容英霖.用红外光谱法定量测定滑石粉中的石棉含量[J].分析测试学报,1992(1):52-54.

[3] 何伟平.用红外光谱法测定滑石粉中石棉的研究[J].广西师范大学学报(自然科学版)1988(2):50-52.

[4] 农以宁,曾令民.X 射线衍射法测定药用滑石粉中的石棉的研究[J].中国中药杂志,2002(7):524-527.

[5] 翁诗甫.傅里叶变换红外光谱仪[M].北京:化学工业出版社,2005,83-112.

[6] 国家技术监督局.GB15432-94.滑石粉国家标准[S].北京:科学出版社,2002.

[7] 潘兆鲁.结晶学及矿物学 [M].北京:地质出版社,1993,131-133.

[8] 马鸿文.工业矿物与岩石 [M].北京:地质出版社,2002,75-25.

[9] 常丽华,陈曼云等.透明矿物薄片鉴定[M].北京:地质出版社,2006,117-118,156-157.

[10] 刘粤惠,刘平安.X 射线衍射分析原理及应用[M].北京:化学工业出版社,2003,27-107.

[11] 中国科学院贵阳地球化学研究所,《矿物 X 射线粉晶鉴定手册》编著组.矿物 X 射线粉晶鉴定手册[M].北京:科学出版社,1978,258-294

Research on the Methods for Identifying Asbestos in Talc

ZHONG Hui, ZHAO Ai-lin, CHI Guang-cheng  
(Shenyang Centre, China Geological Survey, Liaoning 110032, China)

**Abstract:** For many years, how to determination micro-amount cotton asbestos in talc sample is a difficult problem. Based on a large amount of experiment data and experiment experience, various kinds of micro-amount cotton asbestos in talc sample can be identified rapidly and accurately with polarized light microscope and X-ray powder diffraction, assisting by oil immersion method. The paper lists out features data of all kinds of X-ray Powder Diffraction for the asbestost and the analysis process to show how scientific and reasonable the method is. It is suggested that block samples should be identified by polarized light microscope at first and then analyzed by X-ray Powder Diffraction. And if the sample is powder, firstly use the method of X-ray Powder Diffraction, then oil immersion method.

**Key words:** talc; asbesto identifying; transmitted microscope; X-ray powder diffraction; immersed slice of oil